



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



Veröffentlichungsnummer: **0 684 060 A2**

12

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

21 Anmeldenummer: **95107463.2**

51 Int. Cl.⁶: **B01D 3/20**

22 Anmeldetag: **17.05.95**

30 Priorität: **27.05.94 DE 4418488**

43 Veröffentlichungstag der Anmeldung:
29.11.95 Patentblatt 95/48

84 Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL SE

71 Anmelder: **BASF Aktiengesellschaft**
Carl-Bosch-Strasse 38
D-67063 Ludwigshafen (DE)

72 Erfinder: **Kalbel, Gerd, Dr.**
Robert-Bosch-Str. 4
D-68623 Lampertheim (DE)

54 **Verfahren und Vorrichtung zur destillativen Trennung von Stoffgemischen.**

57 Zum Ausgleich der Randgängigkeit der in einer Destillationskolonne abwärtsströmenden Flüssigkeit wird hinsichtlich eines optimalen Stoffaustausches mit dem aufsteigenden Dampf eine gezielte Ungleichverteilung der Flüssigkeitsberieselungsdichte über den Kolonnenquerschnitt eingestellt.

EP 0 684 060 A2

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur destillativen Trennung von Stoffgemischen in die reinen Bestandteile mittels einer Destillationskolonne, die ganz oder teilweise Packungen aus geordneten oder ungeordneten Trennelementen enthält, bei dem zwischen einem Verdampfer und einem Kondensator der Kolonne aufsteigender Dampf und abwärtsströmende Flüssigkeit in innige Berührung gebracht werden und durch den dabei stattfindenden Stoffaustausch die leichter siedenden Bestandteile im Kondensator und die hoher siedenden Bestandteile in der Kolonnenblase erhalten werden. Ferner betrifft die Erfindung eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens, bestehend aus einer Destillationskolonne mit Flüssigkeitssammlern und Wiederverteileranlagen.

Packungskolonnen finden in der destillativen Trenntechnik vielfältige Anwendungen. Als Trenneinbauten werden neben regellosen Schüttungen, z.B. aus Raschigringen, Pallringen, Keramiksätteln, auch geordnete Packungen eingesetzt. Diese können beispielsweise aus perforierten Metallblechen, aus Metallgeweben oder auch aus Kunststoff oder keramischem Material gefertigt sein. Gegenüber Bodenkolonnen bieten gepackte Kolonnen insbesondere Vorteile hinsichtlich des Druckverlustes, der geringen thermischen Beanspruchung empfindlicher Stoffe sowie häufig auch der Investitionskosten. Der Einsatzbereich erstreckt sich sowohl auf Fälle, bei denen nur eine geringe Reinheit der abzutrennenden Fraktionen erforderlich ist, als auch auf Anwendungen mit hohen Reinheitsanforderungen. Speziell in Anwendungsfällen, bei denen sehr hohe Reinheitsanforderungen zu erfüllen sind, stößt der Einsatz von gepackten Kolonnen in der industriellen Praxis noch auf Widerstand, da die geforderten Reinheiten mit gepackten Kolonnen im Produktionsmaßstab vielfach nicht erreicht werden konnten, so daß man wieder auf den Einsatz von Bodenkolonnen übergehen mußte.

Eine Überdimensionierung, d.h. eine Vergrößerung der Packungshöhe brachte in diesen Fällen keinen ausreichenden Erfolg und ist aus Kostengründen ohnehin unerwünscht. Daher wird als gebräuchliche Abhilfe von den Packungsherstellern eine mehrfache Sammlung der Flüssigkeit und ihre Wiederverteilung über Zwischenverteiler empfohlen. Dies ist bisher die aussichtsreichste Möglichkeit zur sicheren Erzielung hoher Produktreinheiten in gepackten Kolonnen. Nachteilig sind bei Verwendung von Flüssigkeitssammlern und Verteilern jedoch ihre Kosten und die vergrößerte Bauhöhe. Je Zwischenverteilung muß abhängig vom Verteilertyp und dem Kolonnendurchmesser mit einer zusätzlichen Bauhöhe von 1 bis 2,5 m gerechnet werden.

Vorliegender Erfindung liegt dementsprechend die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren und eine Vorrichtung zur destillativen Trennung von Stoffgemischen zu entwickeln, mit denen auch bei Einsatz von Destillationskolonnen mit Füllkörpern und Packungen eine hohe Reinheit der von einem Stoffgemisch abzutrennenden Bestandteile erreicht werden kann.

Die Lösung der Aufgabe besteht in einem Verfahren der eingangs geschilderten Art, bei dem gemäß der Erfindung in der Destillationskolonne eine gezielte Ungleichverteilung der Flüssigkeitsberieselungsdichte über den Kolonnenquerschnitt eingestellt wird. Die auf den vorrichtungsmäßigen Teil der Aufgabe sich beziehende Lösung besteht darin, daß entsprechend der gewünschten Flüssigkeitsberieselungsdichte im Kernbereich sowie im Wandbereich der Kolonne die Anordnung der Abflußöffnungen und/oder deren Durchmesser gezielt dimensioniert werden.

Weitere Einzelheiten und Vorteile des Verfahrens und der Vorrichtung nach der Erfindung sind anhand eines in der Zeichnung schematisch dargestellten Ausführungsbeispiels nachfolgend beschrieben.

Es zeigen:

Figur 1 den schematischen Aufbau einer Destillationskolonne

Figur 2 den schematischen Aufbau einer Destillationskolonne mit einer Trennwand

Figur 3 Flüssigkeitssammler und Wiederverteileranlage in einer Kolonne

Bei der Trennung von Stoffgemischen in einer Destillationskolonne (Figur 1) werden üblicherweise zwischen einem Verdampfer V im Kolonnensumpf oder -blase und einem Kondensator K im Kolonnenkopf aufsteigender Dampf und abwärtsströmende Flüssigkeit in innige Berührung gebracht. Bei dem dabei stattfindenden Stoffaustausch reichern sich die leichter siedenden Bestandteile im Dampf und die schwerer siedenden Bestandteile in der Flüssigkeit an. Erstere A werden über Kopf abgezogen, letztere Bestandteile B bzw. C bleiben in der Blase der Kolonne zurück. Die Güte der Trennwirkung hängt von der Gleichmäßigkeit der Verteilung von Dampf und Flüssigkeit über den gesamten Querschnitt des Kolonneninnenraums längs des Strömungsweges und der Intensität deren Durchmischung ab. Bekannterweise stellt sich aber eine verstärkte Strömung von Flüssigkeit und Dampf im Bereich der Kolonnenwand und gegebenenfalls an Trennwänden 7 (Figur 2), die sog. Randgängigkeit, ein, da die Randschicht der Füllkörperschüttung bzw. Packung einen geringeren Widerstand bietet. In diesen Bereichen nimmt die Flüssigkeit daher nur unzureichend am Stoffaustausch teil.

Vorliegende Erfindung schafft hier Abhilfe, indem in diesen Bereichen im Abtriebsteil 3, 4, 6 der Kolonne, unterhalb des Stoffgemischzulaufs also, gezielt eine niedrigere Flüssigkeitsstromdichte ge-

genüber den übrigen Bereichen eingestellt wird, beispielsweise 10 bis 100 %, vorzugsweise 20 bis 50 %. Im Verstärkungsteil 1, 2, 5 der Kolonne hingegen wird die Flüssigkeitsstromdichte erhöht, beispielsweise 10 bis 1000 %, vorzugsweise 20 bis 50 %.

Bei Verwendung von Trennwandkolonnen erfolgt im Bereich der Trennwand 7 in ihrer Gesamtlänge oder in Teilbereichen eine abweichende Flüssigkeitsbeaufschlagung, wobei im Zulaufteil 2 oberhalb der Zulaufstelle und im Entnahmeteil 5 unterhalb der Seitenentnahmestelle einer erhöhte Flüssigkeitsbeaufschlagung und im Zulaufteil 4 unterhalb der Zulaufstelle und im Entnahmeteil 3 oberhalb der Seitenentnahmestelle eine erniedrigte Flüssigkeitsbeaufschlagung eingestellt wird.

Diese gezielte Ungleichverteilung der Flüssigkeit kann mittels Verteileinrichtungen 9 (Figur 3) für die Flüssigkeit verschiedener Bauarten erhalten werden, indem z.B. die Zahl und Anordnung der Abflußöffnungen 10 und/oder deren Durchmesser entsprechend konstruktiv ausgelegt werden. Verteiler für die Flüssigkeit sind zumindest am oberen Ende der Kolonne und an der Zulaufstelle vorhanden. Für den Fall, daß zusätzliche Zwischenverteiler mit vorgeschaltetem Flüssigkeitssammler 11 eingesetzt werden, ist es vorteilhaft, diese ebenfalls mit einer entsprechenden Ungleichverteilung für die Flüssigkeit zu versehen.

Die Ungleichverteilung der Flüssigkeit kann auch durch konstruktive Maßnahmen an der Kolonnenwand und gegebenenfalls an Trennwänden erreicht werden, beispielsweise durch Ableitbleche 8 für die Flüssigkeit in Höhenabständen von 0,1 bis 2 m, vorzugsweise von 0,3 bis 1 m im Abtriebsteil der Kolonne. Bei ungeordneten Füllkörperschüttungen sollte das Ableitblech von der Wand aus etwa das 0,5 bis 3-fache, vorzugsweise das 1 bis 1,5-fache der Füllkörperabmessungen in den Kolonnenraum ragen.

Eine weitere Möglichkeit, die gezielte Ungleichverteilung der Flüssigkeitsberieselungsdichte einzustellen, kann darin bestehen, daß im Verstärkungsteil 1, 2, 5 der Kolonne bei Betriebstemperaturen, die oberhalb der Umgebungstemperatur liegen, die Dicke und Lage der Isolierschicht 12 des Kolonnenmantels je nach der Temperaturdifferenz zwischen Kolonne und Umgebung so gewählt wird, daß die gewünschte flächenbezogene Flüssigkeitsmehrbelastung im Randbereich erreicht wird.

Im Abtriebsteil 3, 5, 6 der Kolonne kann die Flüssigkeitsberieselungsdichte im Wandbereich durch Verdampfung mittels einer Schutzbehälzung 13 an der Kolonnenwand verringert werden.

Patentanspruch

1. Verfahren zur destillativen Trennung von Stoffgemischen in die reinen Bestandteile mittels einer Destillationskolonne, die ganz oder teilweise Packungen aus geordneten oder ungeordneten Trennelementen enthält, bei dem zwischen einem Verdampfer und einem Kondensator der Kolonne aufsteigender Dampf und abwärtsströmende Flüssigkeit in innige Berührung gebracht werden und durch den dabei stattfindenden Stoffaustausch die leichter siedenden Bestandteile im Kondensator und die höher siedenden Bestandteile in der Kolonnenblase erhalten werden, dadurch gekennzeichnet, daß in der Destillationskolonne eine gezielte Ungleichverteilung der Flüssigkeitsberieselungsdichte über den Kolonnenquerschnitt eingestellt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Einstellung der Flüssigkeitsstromdichte im Bereich der Wand der Kolonne und einer gegebenenfalls vorhandenen Trennwand vorgenommen wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, dadurch gekennzeichnet, daß in den Abtriebsteilen der Kolonne in den Wandbereichen eine verringerte Flüssigkeitsbelastung und in den Verstärkungsteilen in den Wandbereichen eine erhöhte Flüssigkeitsbelastung eingestellt wird.
4. Verfahren nach den Ansprüchen 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß bei Verwendung von Trennwandkolonnen im Bereich der Trennwand in ihrer Gesamtlänge oder in Teilbereichen in den Wandbereichen eine abweichende Flüssigkeitsbeaufschlagung erfolgt, wobei im Zulaufteil oberhalb der Zulaufstelle und im Entnahmeteil unterhalb der Seitenentnahmestelle eine erhöhte Flüssigkeitsbeaufschlagung und im Zulaufteile unterhalb der Zulaufstelle und im Entnahmeteil oberhalb der Seitenentnahmestelle eine erniedrigte Flüssigkeitsbeaufschlagung eingestellt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß die querschnittsbezogene Flüssigkeitsstromdichte in den Teilbereichen mit verringerter Einstellung um 10 bis 100 %, vorzugsweise 20 bis 50 %, gegenüber dem übrigen Bereich vermindert wird und in den Teilbereichen mit erhöhter Einstellung um 10 bis 1000 %, vorzugsweise um 20 bis 50 %, gegenüber dem übrigen Bereich vergrößert wird.

6. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach den Ansprüchen 1 bis 5, bestehend aus einer Destillationskolonne mit Flüssigkeits-sammelern (11) und Wiederverteileinrichtungen (9), dadurch gekennzeichnet, daß entsprechend der gewünschten Flüssigkeitsberieselungsdichte im Kernbereich sowie im Wandbereich der Kolonne die Anordnung der Abflußöffnungen (10) und/oder deren Durchmesser gezielt dimensioniert werden. 5 10
7. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß bei Verwendung von regellosen Füllkörperschüttungen in Kolonnenbereichen, bei denen in den Wandbereichen im Abtriebsteil eine verringerte Flüssigkeitsbeaufschlagung angestrebt wird, in Höhenabständen von 0,1 bis 2 m, bevorzugt 0,3 bis 1 m, Abstreifelemente (8) an den Wandungen angebracht werden, die 0,5 bis 3, bevorzugt 1 bis 1,5 Füllkörperabmessungen weit in die Füllkörperschüttung hineinreichen und die Flüssigkeit aus dem Wandbereich in die Packung ableiten. 15 20
8. Vorrichtung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß bei Kolonnen, deren Temperatur im Verstärkungsteil (1, 2, 5) oberhalb der Umgebungstemperatur liegt, die Dicke und Lage der Isolierschicht (12) auf dem Kolonnenmantel so ausgelegt wird, daß die gewünschte erhöhte flächenbezogene Flüssigkeitsberieselungsdichte im Randbereich der Kolonne erreicht wird. 25 30
9. Vorrichtung nach Anspruch 6 und 7, dadurch gekennzeichnet, daß durch eine Schutzbeheizung (13) an der Kolonnenwand im Abtriebsteil (3, 5, 6) der Kolonne die Flüssigkeitsberieselungsdichte im Wandbereich durch Verdampfung verringert wird. 35 40

45

50

55

FIG.1

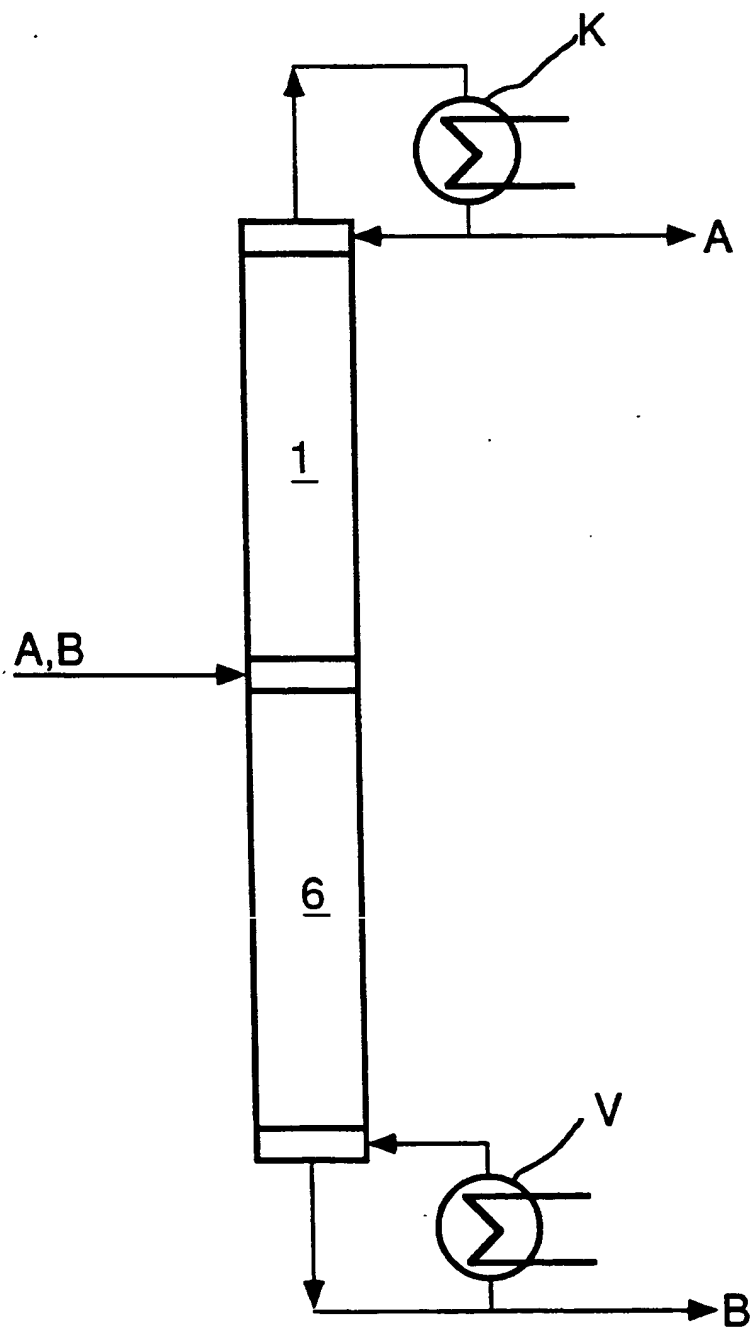


FIG.2

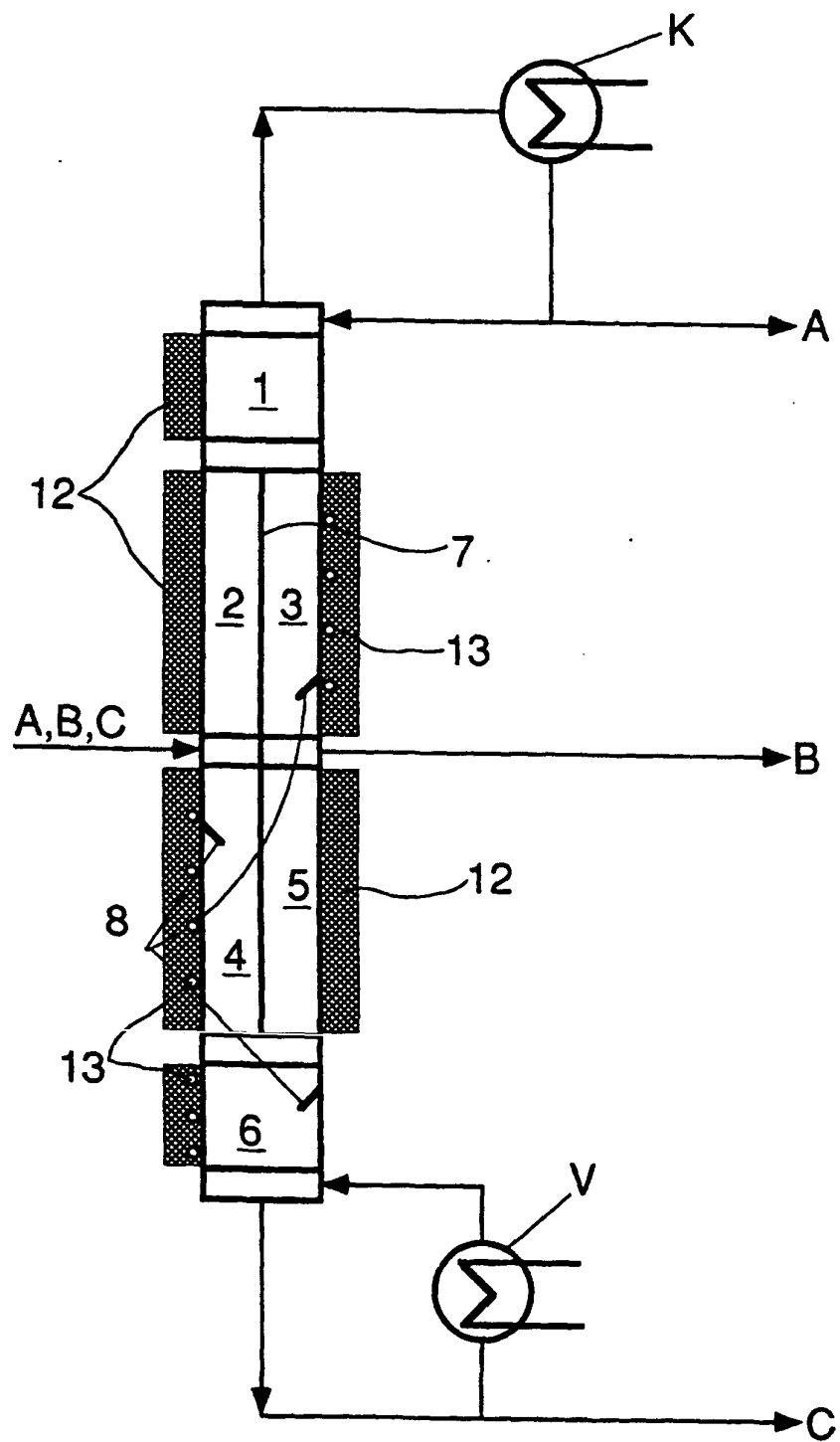
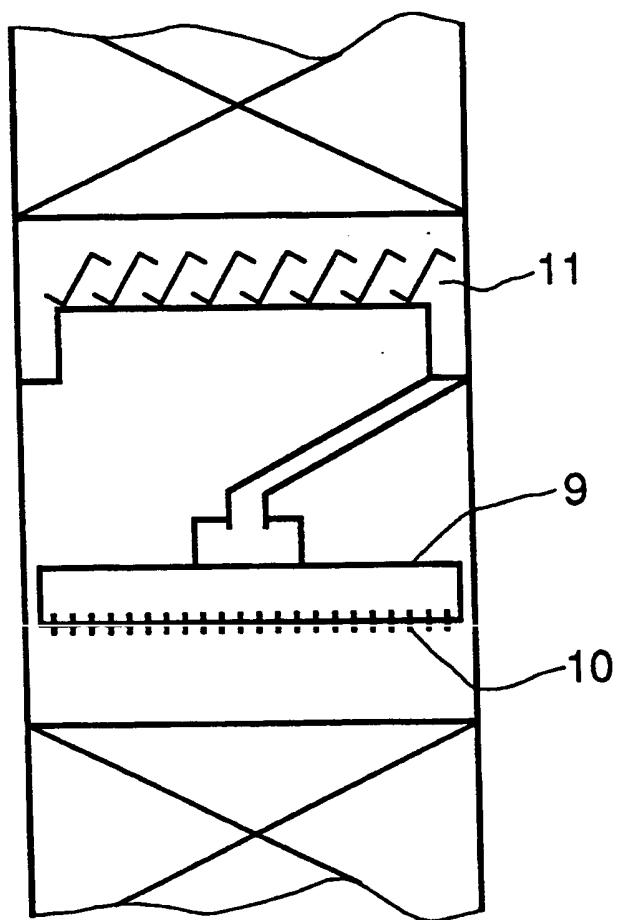


FIG.3





(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(88) Veröffentlichungstag A3:
02.10.1996 Patentblatt 1996/40

(51) Int. Cl.⁶: **B01D 3/20**

(43) Veröffentlichungstag A2:
29.11.1995 Patentblatt 1995/48

(21) Anmeldenummer: **95107463.2**

(22) Anmeldetag: **17.05.1995**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH DE ES FR GB IT LI NL SE

(71) Anmelder: **BASF Aktiengesellschaft**
67063 Ludwigshafen (DE)

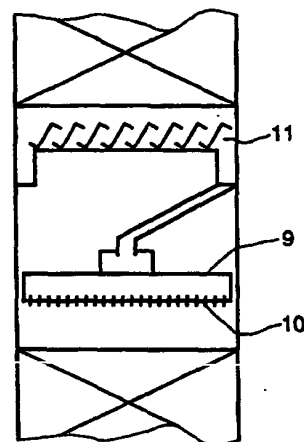
(30) Priorität: **27.05.1994 DE 4418488**

(72) Erfinder: **Kalbel, Gerd, Dr.**
D-68623 Lampertheim (DE)

(54) **Verfahren und Vorrichtung zur destillativen Trennung von Stoffgemischen**

(57) Zum Ausgleich der Randgängigkeit der in einer Destillationskolonne abwärtsströmenden Flüssigkeit wird hinsichtlich eines optimalen Stoffaustausches mit dem aufsteigenden Dampf eine gezielte Ungleichverteilung der Flüssigkeitsberieselungsdichte über den Kolonnenquerschnitt eingestellt. Diese Ungleichverteilung der Flüssigkeit kann mittels Verteileinrichtungen (9) für die Flüssigkeit verschiedener Bauarten erhalten werden.

FIG.3





Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 95 10 7463

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.6)
X	US-A-3 099 697 (LERMAN FRANK) 30.Juli 1963 * das ganze Dokument *	1,2,5,7	B01D3/20
X	EP-A-0 598 382 (PRAXAIR TECHNOLOGY INC) 25.Mai 1994 * das ganze Dokument *	1,2,5,6, 8,9	
X	DE-B-10 28 093 (HEILER WILHELM) 17.April 1958 * das ganze Dokument *	1,5,6	
X	US-A-2 639 130 (HEERE PETER) 19.Mai 1953 * das ganze Dokument *	1,2,5-7	
A	EP-A-0 133 510 (BASF AG) 27.Februar 1985 * das ganze Dokument *	4	
			BEFORSCHTE SACHGEBIETE (Int.Cl.6)
			B01D
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchemerit MÜNCHEN		Abschlußdatum der Recherche 22.Juli 1996	Prüfer Hild, U
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE			
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	

EPO FORM 1500 (04.92) (P4400)